



## Pupuk NPK Padat



© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan Definisi.....	1
4 Syarat mutu .....	1
5 Pengambilan contoh .....	1
6 Cara uji .....	2
7 Syarat penandaan .....	17
8 Cara pengemasan .....	17
Bibliografi .....	18





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan revisi SNI 02-2803-2000, *Pupuk NPK padat*, yang disusun berdasarkan Program Pemerintah khususnya dalam rangka perlindungan konsumen dan produsen pupuk serta mendukung perkembangan agro industri.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 65-06, Produk Kimia dan Agrokimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Panitia Teknis pada 1 Desember 2008 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, balai penguji dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 25 Mei 2009 s.d 24 Juli 2009 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.





## Pupuk NPK Padat

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan persyaratan pupuk NPK Padat.

### 2 Acuan normatif

Berikut ini daftar referensi yang diperlukan dalam penyusunan standar ini. Untuk referensi yang tak bertanggal, digunakan edisi terakhir dari referensi yang disebut (termasuk jika ada amandemennya).

SNI 0428, *Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan*.

### 3 Istilah dan Definisi

Pupuk NPK padat adalah pupuk buatan berbentuk padat yang mengandung unsur hara utama nitrogen, fosfor dan kalium.

### 4 Syarat mutu

**Tabel 1 - Spesifikasi persyaratan mutu**

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan	Batas toleransi minimal yang dipersyaratkan
1.	Nitrogen total*	%, b/b	Sesuai formula yang ada di label	8 %
2.	Fosfor total sebagai $P_2O_5$ *	%, b/b		8 %
3.	Kalium sebagai $K_2O$ *	%, b/b		8 %
4.	Jumlah kadar N, $P_2O_5$ , $K_2O$	%, b/b		8 %
5.	Kadar air	%, b/b	Maks. 3	-
6.	Cemaran logam			
	- Raksa (Hg)	mg/kg	Maks. 10	-
	- Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks. 100	-
	- Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 500	-
7	Arsen (As)	mg/kg	Maks. 100	-

**Keterangan :** \* adalah Jenis uji 1 s/d 3 adbk (atas dasar berat kering)

### 5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.



## 6 Cara uji

### 6.1 Nitrogen total

#### 6.1.1 Prinsip

Nitrogen dalam contoh dihidrolisis dengan asam sulfat membentuk senyawa ammonium sulfat. Nitrat dengan asam salisilat membentuk nitrosalisilat, kemudian direduksi dengan natrium tiosulfat membentuk senyawa ammonium. Suling senyawa ammonium dalam suasana alkali, tampung hasil sulingan asam borat. Titrasi dengan larutan asam sulfat sampai warna hijau berubah menjadi merah jambu.

#### 6.1.2 Pereaksi

- Larutan asam sulfat-salisilat  
25 g asam salisilat dilarutkan hingga 1 liter dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat
- Natrium tiosulfat  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Larutan asam borat 1 %  
1 g asam borat dilarutkan hingga 100 mL dengan air suling
- Larutan asam sulfat  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N
- Indikator Conway  
0,15 g bromo cresol green dan 0,10 gram metal merah dilarutkan hingga 100 mL dengan etanol.
- Larutkan natrium hidroksida, NaOH 40%
- Air suling

#### 6.1.3 Peralatan

- Neraca analitis
- Labu ukur 100 mL, 500 mL dan 1000 mL
- Pipet volumetric 25 mL
- Labu Kjeldhal
- Alat destilasi
- Lumpang porselin penghalus contoh
- Alat destilasi
- Buret 50 mL
- Termometer 300°C.

#### 6.1.4 Prosedur

- Timbang teliti 0,5 g contoh yang telah dihaluskan masukkan ke dalam labu kjeldhal;
- Tambahkan 25 mL larutan asam sulfat-salisilatl goyang hingga merata dan biarkan semalaman;
- Esoknya tambahkan 4 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  kemudian panaskan pada suhu rendah hingga gelembung habis. Naikan suhu secara bertahap maksimum 300°C (sekitar 2 jam) dan biarkan dingin;
- Encerkan dengan air suling, pindahkan ke dalam labu takar 500 mL kocok dan tepatkan sampai tanda garis;
- Pipet 25 mL, masukkan ke dalam labu suling tambahkan 150 mL air suling dan batu didih;
- Suling setelah penambahan 10 mL larutan NaOH 40% dengan penampung hasil sulingan 20 mL larutan asam borat 1 % yang ditambah 3 tetes indikator conway;
- Hentikan penyulingan bila hasil sulingan mencapai 100 mL;



- Titrasi dengan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05 N sampai titik akhir titrasi tercapai (warna hijau berubah menjadi merah jambu);
- Lakukan pengerjaan larutan blanko.

### 6.1.5 Perhitungan

$$\text{Nitrogen total, \%} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 14,008 \times P \times 100}{W} \times \frac{100}{100 - KA}$$

dengan :

- V<sub>1</sub> adalah larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan untuk titrasi sampel, mL
- V<sub>2</sub> adalah volume H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan untuk titrasi blanko, mL
- N adalah Normalitas larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 14,008 adalah berat atom nitrogen
- P adalah pengenceran
- W adalah berat contoh, mg
- KA adalah kadar air, %

## 6.2 Kadar Fosfor total sebagai P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

### 6.2.1 Prinsip

Kadar P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ditentukan secara kolorimetri, ortofosfat yang terlarut direaksikan dengan ammonium molibdatvanadat membentuk senyawa kompleks molibdovanadat asam fosfat yang berwarna kuning.

### 6.2.2 Pereaksi

- Pereaksi molibdovanadat  
Larutkan 40 g ammonium Molibdat tetrahidrat, (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4 H<sub>2</sub>O dalam 400 mL air suling panas, kemudian dinginkan. Larutkan 2 g ammonium metavanadat dalam 250 mL air suling panas, dinginkan lalu tambahkan 450 mL HClO<sub>4</sub> 70 %. Tambahkan larutan ammonium molibdat sedikit demi sedikit ke dalam larutan ammonium metavanadat sambil diaduk dan encerkan hingga 2 L dengan air suling.
- Larutan standar fosfat  
Keringkan KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> murni (52,15 % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) selama 2 jam pada 105°C. Siapkan larutan yang mengandung 0,4 -1,0 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/mL dengan interval 0,1 mg dengan cara menimbang 0,0767; 0,0959; 0,1151; 0,1342; 0,1534; 0,1726 dan 0,1918 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dan encerkan masing-masing hingga 100 mL dengan air suling.  
Siapkan larutan yang baru yang mengandung 0,4 dan 0,7 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/mL setiap minggu.
- HClO<sub>4</sub> 70 – 72 %
- HNO<sub>3</sub> p.a

### 6.2.3 Peralatan

- Neraca analitis
- Pengerik listrik
- Lumpang porselin penghalus contoh
- Labu ukur 100 mL, 500 mL, 2 liter
- Corong Ø 7 cm
- Kertas saring Whatman 41
- Erlenmeyer 500 mL
- Pipet volumetrik 5 mL, 10 mL, 15 mL dan 50 mL



## SNI 2803:2010

- Pipet ukur 5 mL
- Gelas piala
- Spektrofotometer
- Pemanas

### 6.2.4 Persiapan larutan contoh

- Timbang dengan teliti 1 g contoh yang halus, masukkan ke dalam gelas piala 250 mL;
- Tambahkan dengan 20 – 30 mL HNO<sub>3</sub> p.a;
- Didihkan perlahan-perlahan selama 30 – 45 menit untuk mengoksidasi bahan yang mudah teroksidasi, dinginkan;
- Tambahkan 10 – 20 mL HClO<sub>4</sub> 70 – 72 %;
- Didihkan perlahan-lahan sampai larutan tidak berwarna dan timbul asap putih pada gelas piala, dinginkan;
- Tambahkan 50 mL air suling dan didihkan beberapa menit, dinginkan;
- Pindahkan dalam labu ukur 500 mL dan tepatkan dengan air suling sampai tanda tera dan homogenkan;
- Saring dengan kertas saring Whatman No. 41;
- Tampung ke dalam erlenmeyer.

### 6.2.5 Prosedur

- Pipet 5 mL larutan contoh dan masing-masing larutan standar fosfat ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tambahkan 45 mL air suling, diamkan selama 5 menit;
- Tambahkan 20 mL pereaksi molibdovanadat dan encerkan dengan air suling hingga tanda tera dan kocok;
- Biarkan pengembangan warna selama 10 menit;
- Lakukan pengerjaan larutan blanko;
- Optimasi spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm;
- Baca absorbansi larutan contoh dan standar pada spektrofotometer;
- Buat kurva standar;
- Hitung kadar P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dalam contoh.

### 6.2.6 Perhitungan

$$\text{Fosfor total sebagai P}_2\text{O}_5, \%, \text{ b/b} = \frac{C \times P}{W} \times 100 \times \frac{100}{100 - KA}$$

dengan :

- C adalah mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dari pembacaan kurva standar
- P adalah faktor pengenceran
- W adalah berat contoh, mg
- KA adalah kadar air, %

## 6.3 Kalium sebagai K<sub>2</sub>O

### 6.3.1 Metode Titrimetri

#### 6.3.1.1 Prinsip

Kalium bereaksi dengan natrium tetrafenilborat dalam suasana basa lemah, membentuk endapan kalium tetrafenilborat, kelebihan natrium tetrafenilborat dititar dengan benzalkonium klorida.



### 6.3.1.2 Pereaksi

- Larutan  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  4 %
- Larutan NaOH 20 %
- Larutan formaldehid 37 %
- Larutan natrium hidroksida 20 %  
Larutkan 20 g NaOH dalam 100 mL air suling
- Indikator penolptalien (PP) 0,1 %
- Natrium tetrafenilboron (STPB) 1,5 %  
Larutkan 12 g  $\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$  dalam 800 mL air suling, tambahkan 20- 25 g  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , aduk 5 menit dan saring dengan Whatman No. 42 atau yang setara masukkan dalam 1 liter labu ukur, filtratnya tambahkan 2 mL NaOH 20 %, tepatkan hingga 1 L dengan air suling, aduk. Biarkan 2 hari dan di standardisasi.
- Benzalkonium klorida (BAC) 0,625 %  
Larutkan 38 mL benzalkonium klorida 17 % menjadi 1 L dengan air suling, aduk dan di standardisasi.
- Titan yellow 0,04 %  
Larutkan 40 mg dalam 100 mL air suling.

### 6.3.1.3 Peralatan

- Neraca analitik
- Gelas piala 250 mL
- Labu ukur 100 mL, 250 mL
- Buret
- Whatman No. 42
- Pipet volumetrik 5mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, 25 mL dan 50 mL

### 6.3.1.4 Standarisasi Larutan

- a. Larutan benzalkonium klorida (BAC)  
Dalam erlenmeyer 125 mL terdapat 1 mL larutan STPB, tambahkan 20-25 mL air suling, 1 mL NaOH 20 %, 2,5 mL HCHO, 1,5 mL  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  4 % dan 6 - 8 tetes indikator titan yellow. Titrasi dengan larutan BAC sampai titik akhir berwarna merah, gunakan buret semimikro 10 mL.  
(Larutan BAC 2 mL = 1 mL larutan STPB)
- b. Larutan natrium tetraphenylboron  
Larutkan 2,5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dengan air suling dalam labu ukur 250 mL, tambahkan 50 mL larutan  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  4 %, tepatkan sampai tanda tera dan homogenkan.  
Ambil 15 mL larutan tersebut masukkan dalam 100 mL labu ukur, tambahkan 2 mL NaOH 20 %, 5 mL HCHO dan 43 mL larutan STPB, tepatkan dengan air suling, homogenkan dan biarkan 5 – 10 menit dan saring.  
Ambil 50 mL filtrat masukkan dalam erlenmeyer 125 mL, tambahkan 6 – 8 tetes indikator titan yellow dan titrasi kelebihan larutan dengan larutan BAC.

Perhitungan :

$$F = 34,61 / (43 \text{ mL} - \text{mL BAC}) = \text{mg K}_2\text{O} / \text{mL larutan STPB}$$



### 6.3.1.5 Prosedur

- Timbang teliti 2,5 g contoh yang siap uji dalam 250 mL gelas piala;
- Tambahkan 50 mL  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  4 %, 125 mL air suling dan didihkan selama 30 menit, dinginkan;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 250 mL, tepatkan sampai tanda tera dengan air suling;
- Saring atau diamkan hingga jernih;
- Ambil 15 mL larutan tersebut, masukkan dalam labu ukur 100 mL;
- Tambahkan 2 mL NaOH 20 % , 5 mL HCHO;
- Tambahkan 1 mL STPB untuk tiap 1%  $\text{K}_2\text{O}$ , tambahkan 8 mL untuk berlebihan;
- Tepatkan sampai tanda tera dengan air suling, aduk dan biarkan 5 – 10 menit, saring dengan kertas saring Whatman No. 12;
- Ambil 50 mL filtrat masukkan ke dalam erlenmeyer 125 mL, tambahkan 6 – 8 tetes indikator Titan yellow dan titar dengan larutan standar BAC.

### 6.3.1.6 Perhitungan

$$\% \text{K}_2\text{O} = (\text{mL penambahan STPB} - \text{mL BAC}) \times F \times \frac{100}{100 - KA}$$

### 6.3.2 Metoda flame photometer atau spektrofotometer serapan atom

#### 6.3.2.1 Prinsip

Penetapan kalium terlarut secara flame photometer atau spektrofotometer serapan atom

#### 6.3.2.2 Pereaksi

- Larutan standar Kalium 1 mg K/mL  
Larutkan 1,907 g KCl atau 2,228 g  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , (yang sebelumnya dipanaskan pada suhu 110 °C ) dengan air suling dan encerkan hingga 1 liter, buat deret standar sesuai kebutuhan dari larutan standar kalium 1 mgK/mL
- Larutan supresor  
Timbang 12,5 g  $\text{CaCO}_3$  dalam gelas piala, basahi dengan air suling, larutkan pelan-pelan dengan 105 mL HCl, didihkan, dinginkan dan encerkan dengan air suling hingga 1 liter.

#### 6.3.2.3 Peralatan

- Flame photometer
- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan lampu katoda kalium
- Neraca analitik
- Gelas piala 300 mL
- Labu ukur 100 mL, 250 mL, 500 mL, 1000 mL
- Pemanas listrik
- Kertas saring whatman 41
- Pipet volumetrik 2 mL, 5 mL, 10 mL

#### 6.3.2.4 Preparasi larutan contoh

- Timbang dengan teliti 5 g contoh yang siap, masukkan dalam gelas piala 300 mL, tambahkan 10 mL HCl, 100 ml air suling dan didihkan kira-kira 5 menit;
- Dinginkan, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 250 mL atau 500 mL kemudian encerkan dengan air suling samapi tanda tera dan saring dengan kertas saring whatman 41.



### 6.3.2.5 Prosedur

- Pipet larutan contoh sesuai kebutuhan dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tambahkan 1 – 10 mL larutan supresor, encerkan dengan air suling sampai tanda tera dan homogenkan.
- Ukur konsentrasi kalium dengan flame photometer atau spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 766,5 nm.

### 6.3.2.6 Perhitungan :

$$\text{Kalium sebagai K}_2\text{O (\%)} = \frac{C \times P \times 1,2046}{W} \times \frac{100}{1000} \times 100 \times \frac{100}{100 - KA}$$

dengan :

C adalah konsentrasi kalium, mg/l

P adalah pengenceran

1,2046 adalah faktor konversi K<sub>2</sub>O terhadap K

W adalah berat contoh, mg

## 6.4 Kadar air

### 6.4.1 Metode Karl Fischer

#### 6.4.1.1 Prinsip

Mendispersikan contoh ke dalam metanol kemudian dititar dengan pereaksi Karl Fisher yang telah diketahui ekuivalen airnya.

#### 6.4.1.2 Pereaksi

- Pereaksi Karl Fisher.
- Metanol dengan kadar air maksimum 0,1 %.

#### 6.4.1.3 Peralatan

- Neraca analitis.
- Pipet volumetrik 50 mL.
- Alat penitar Karl Fisher.
- Botol timbang

#### 6.4.1.4 Prosedur

- Pipet 50 mL metanol masukkan kedalam labu titrasi dan titar dengan pereaksi Karl Fisher sampai terjadi perubahan warna dari kuning menjadi merah jingga;
- Timbang dengan teliti 0,1 gram air suling, masukkan labu titrasi, teruskan penitaran sampai akhir tercapai (warna berubah dari kuning menjadi merah jingga);  
Hitung angka ekuivalen air dari pereaksi Karl Fisher (F) dalam mg air/mL pereaksi.

$$F = \frac{W_a}{V}$$

dengan :

W<sub>a</sub> adalah berat air, mg



- V adalah volume pereaksi Karl Fisher yang diperlukan untuk titrasi air suling, mL
- Timbang dengan teliti 2 – 3 gram contoh masukkan ke dalam labu titrasi dan tambahkan 50 mL methanol, aduk sampai homogen;
  - Titar dengan larutan Karl Fisher sampai tercapai titik akhir.

#### 6.4.1.5 Perhitungan :

$$\text{Kadar air} = \frac{V_c \times F}{W} \times 100\%$$

dengan :

V<sub>c</sub> adalah volume pereaksi Karl Fisher yang diperlukan untuk titrasi contoh, mL

F adalah ekuivalen air, mg air/mL pereaksi

W adalah berat contoh, mg

#### 6.4.2 Metode Destilasi

##### 6.4.2.1 Prinsip

Pemisahan azeotropik air dengan pelarut organik.

##### 6.4.2.2 Pereaksi

- Xylol.
- Toluena.

##### 6.4.2.3 Peralatan

- Neraca analitis.
- Labu didih 500 mL
- Batu didih
- Penangas listrik
- Alat Aufhauser
- Labu takat 50 mL
- Botol timbang

##### 6.4.2.4 Prosedur

- Timbang teliti 5 g contoh, masukkan ke dalam labu didih 500 mL dan tambahkan 300 mL xylol serta batu didih;
- Sambungkan dengan alat Aufhauser dan panaskan di atas penangas listrik selama satu jam dihitung sejak mulai mendidih;  
Matikan penangas listrik dan biarkan alat Aufhauser mendingin
- Bilas alat pendingin dengan xylol atau toluene dan;
- Baca jumlah volume air pada alat Aufhauser.

#### 6.3.2.5 Perhitungan :

$$\text{Kadar air} = \frac{W}{V} \times 100\%$$

dengan :

W adalah berat contoh g

V adalah pembacaan volume air , mL



## 6.4 Cara Uji Cemaran Logam

### 6.4.1 Raksa (Hg)

#### 6.4.1.1 Prinsip

Raksa dioksida menjadi ion raksa, ion raksa kemudian direduksi menjadi logam raksa, dilanjutkan dengan analisa serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm.

#### 6.4.1.2 Pereaksi

- Larutan standar Hg 1000 ppm.
- Akuades bebas Hg.
- Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat.
- Kalium permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,5 %.
- Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) pekat.
- Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat.
- Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat (larutkan 120 g NaCl dan 120 g  $(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dalam 1 liter air.

#### 6.4.1.3 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm dan lebar 0,2 nm – 0,7 nm.
- Mercury vapour unit (MVU).
- Lampu katoda Hg.
- Labu destruksi yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks.
- Neraca analitik
- Pipet volumetric 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 2,5 mL, 5 mL, 10 mL
- Labu ukur 50 mL dan 100 mL

#### 6.4.1.4 Prosedur

##### 6.4.1.4.1 Penyiapan Contoh

- timbang secara akurat contoh sebanyak (2 – 5) gram pupuk organik atau (5 – 10) gram;
- untuk yang mengandung zat organik ke dalam labu destruksi tertutup asah yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks;
- Bila perlu basahi contoh dengan lebih kurang 5 mL akuades dan tambahkan beberapa butir batu didih;
- Tambah (10 – 20) mL  $\text{HNO}_3$  (asam nitrat) pekat dan 10 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (asam sulfat) pekat;
- Hubungkan dengan pendingin refluks;
- Direkomendasikan untuk mendiamkan selama satu malam;
- Panaskan kurang lebih satu jam;
- Hentikan pemanasan bila muncul uap putih. Dinginkan, tambahkan 2 mL larutan  $\text{KMnO}_4$  (dalam hal pupuk mengandung zat organik, tambahkan 1 gram  $\text{KMnO}_4$ ) dan didihkan;
- Jika larutan tetap tidak berwarna, tambah lagi  $\text{KMnO}_4$  hingga warna stabil minimal 10 menit;
- Dinginkan, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil membilas refluks;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades bebas merkuri;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.



#### 6.4.1.4.2 Pembuatan Larutan Standar

##### A. Larutan standar baku Hg 100 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

##### B. Larutan standar baku Hg 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

##### C. Larutan standar baku Hg 1 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 10 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

##### D. Larutan standar kerja Hg 0,0 ppb; 10,0 ppb, 20,0 ppb, 40,0 ppb, 50,0 ppb, 100 ppb

- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk merkuri 1 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

#### 6.4.1.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- Pindahkan larutan standar dan contoh ke dalam tabung SSA, tambah tetes demi tetes larutan hidrosilamin hidroklorida hingga warna  $\text{KMnO}_4$  tidak muncul lagi (tepat hilang).
- Segera tambahkan 10 mL  $\text{SnCl}_2$  dan langsung hubungkan dengan peralatan aerasi SSA.
- Ukur absorbansi larutan standar dan sampel.
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorbansi yang terukur oleh alat SSA.
- Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,9975$ ).
- Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- Hitung koefisien contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

#### 6.4.1.5 Pengendalian Mutu Hasil Uji

- Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- Lakukan uji recovery/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % recovery adalah 85 % - 115 %.

#### 6.4.1.6 Perhitungan

$$\text{Kadar Hg (mg/kg)} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan :

C adalah konsentrasi (ppb) Hg hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;

P adalah faktor pengenceran;

W adalah bobot contoh, g;

V adalah volume akhir labu, L .



## 6.4.2 Kadmium (Cd)

### 6.4.2.1 Prinsip

Analisis kadmium dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

### 6.4.2.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm.
- Lampu katoda Cd.
- Labu ukur 100 mL.
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 25 mL
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran beker gelas tinggi yang digunakan.
- Beker gelas tinggi.
- Neraca analitik

### 6.4.2.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Cd 1000 ppm.
- Akuades bebas Cd.
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1.18.
- Asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat, sp.gr 1.38.
- Asam perklorat (HClO<sub>4</sub>) pekat, sp.gr 1.55.

### 6.4.2.4 Cara Kerja

#### 6.4.2.4.1 Penyiapan Contoh

##### A. Pupuk organik dan rock fosfat

- Timbang contoh (1 – 5) gram secara akurat ke dalam beker gelas tinggi;
- Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

##### B. Contoh yang mengandung silika tinggi

- Timbang (2 - 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi;
- Basahi contoh dengan sedikit penambahan akuades;
- Tambahkan lebih kurang 5 mL asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat dan 10 mL asam perklorat (HClO<sub>4</sub>) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit, sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades;



- Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

### C. Pupuk yang mengandung zat organik

- Timbang (2 – 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi;
- Tambah 15 mL asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat;
- Tutup kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik, bila timbul busa maka hentikan pemanasan dan biarkan dingin kemudian tambahkan 15 mL asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat, sambil membilas bagian dinding beker gelas tinggi;
- Panaskan kembali hingga larut sempurna, sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut;
- Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Bila tidak timbul busa, langsung tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5);
- Panaskan hingga larut semua, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu di saring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

#### 6.4.2.4.2 Pembuatan Larutan Standar

##### A. Larutan standar baku Cd 100 ppm

Pipet 10 mL larutan induk kadmium 1000 ppm ke dalam labu 100 mL. Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1N).

##### B. Larutan standar baku Cd 10 ppm

Pipet 10 mL larutan induk kadmium 100 ppm ke dalam labu 100 mL. Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1N).

##### C. Larutan standar kerja Cd 0,0 ppm; 0,2 ppm, 0,5 ppm, 1,0 ppm dan 2,0 ppm

- Pipet sesuai kebutuhan pembuatan larutan standar kerja di atas dari larutan 10 ppm ke dalam labu ukur 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1N).

#### 6.4.2.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- Ukur absorbansi larutan standar dan contoh dengan alat SSA.;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorbansi yang terukur oleh alat SSA;
- Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,9975$ ), buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar;
- Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

#### 6.4.2.4.4 Pengendalian Mutu Hasil Uji

- Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD);
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu;



- Lakukan recovery/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %;
- Lakukan analisis blangko.

#### 6.4.2.4.5 Perhitungan

$$Cd \text{ (mg/kg)} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

- C adalah konsentrasi (ppm) Cd hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;  
 P adalah faktor pengenceran;  
 W adalah bobot contoh (g);  
 V adalah volume akhir labu (mL).

### 6.4.3 Timbal (Pb)

#### 6.4.3.1 Prinsip

Analisis timbal dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

#### 6.4.3.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm lebar celah 0,2 nm – 0,7 nm.
- Lampu katoda cekung Pb.
- Labu ukur 100 mL.
- Pipet volume 25 mL.
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 25 mL
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran beker gelas tinggi yang digunakan.
- Beker gelas tinggi.

#### 6.4.3.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Pb 1000 ppm.
- Akuades bebas Pb.
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1.18.
- Asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat, sp.gr 1.38.
- Asam perklorat (HClO<sub>4</sub>) pekat sp.gr 1.55.

#### 6.4.3.4 Cara Kerja

##### 6.4.3.4.1 Penyiapan contoh

##### A. Pupuk organik dan rock fosfat

- Timbang contoh (1 – 5) gram secara akurat ke dalam beker gelas tinggi;
- Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai;
- Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit di atas pemanas;
- Buka kaca arloji penutup, evaporasi larutan hingga kering di atas *water-bath*;



- Tambah sejumlah kecil asam klorida (HCl), ulangi evaporasi hingga kering dan biarkan dingin;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5);
- Panaskan hingga larut semua dan dinginkan;
- Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

#### B. Pupuk yang mengandung zat organik

- Timbang (2 – 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi;
- Tambah 30 mL asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik. Bila muncul busa hentikan pemanasan biarkan dingin semalaman kemudian tambahkan (30 – 50) mL campuran  $\text{HClO}_4$  -  $\text{HNO}_3$ ;
- Panaskan kembali tanpa kaca arloji penutup, hingga uap asam terevaporasi. Bila sudah muncul uap putih, tutup kembali dengan kaca arloji dan panaskan minimal 10 menit hingga larut sempurna sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut;
- Bila destruksi zat organik masih belum sempurna tambahkan sedikit lagi  $\text{HNO}_3$  dan panaskan kembali hingga larut sempurna;
- Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring, larutan siap diukur dengan alat SSA.

#### 6.4.3.4.2 Pembuatan Larutan Standar

##### A. Larutan standar baku Pb 100 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

##### B. Larutan standar baku Pb 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

##### C. Larutan standar kerja Pb 0,0 ppm; 2,0 ppm, 5,0 ppm, 10,0 ppm, 20,0 ppm

- Pipet sesuai kebutuhan pembuatan larutan standar kerja di atas dari larutan 10 ppm ke dalam labu ukur 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

#### 6.4.3.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- Ukur absorban larutan standar dan sampel dengan alat SSA;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA;
- Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,9975$ );
- Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar;
- Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui *slope*.



#### 6.4.3.4.4 Pengendalian Mutu

- Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD);
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu;
- Lakukan uji recovery/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- Lakukan analisis blangko.

#### 6.4.3.4.5 Perhitungan

$$\text{Pb (mg/kg)} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

C adalah konsentrasi (ppm) Pb hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;

P adalah faktor pengenceran;

W adalah bobot contoh (g);

V adalah volume akhir labu (mL).

### 6.5 Arsen (As)

#### 6.5.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan  $\text{As}^{5+}$  direduksi dengan KI menjadi  $\text{As}^{3+}$  dan direaksikan dengan  $\text{NaBH}_4$  atau  $\text{SnCl}_2$  sehingga terbentuk  $\text{AsH}_3$  yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

#### 6.5.2 Pereaksi

- Natrium borohidrida
- Larutkan 3 g  $\text{NaBH}_4$  dan 3 g  $\text{NaOH}$  dalam 500 mL akuades.
- Asam klorida 8 M
- Encerkan 66 mL  $\text{HCl}$  37 % hingga 100 mL akuades.
- Timah klorida 10 %
- Timbang 50 g  $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ke dalam piala gelas 200 mL. tambah 100 mL  $\text{HCl}$  37 %.
- Panaskan hingga larutan jernih. Dinginkan, kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan tambahkan dengan akuades.
- Kalium iodida 20 %
- Timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL, dan tambahkan dengan akuades (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- Asam klorida ( $\text{HCl}$ ) pekat.
- Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) pekat.
- Asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) pekat.

#### 6.5.3 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA).
- Lampu arsen.
- Generator (HVG).
- Tabung reaksi atau "auto sample".
- Hydride vapour unit (HVU).



- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.
- Neraca analitik

## **6,5,4 Cara Kerja**

### **6.5.4.1 Penyiapan contoh**

- Timbang contoh (1 - 5) gram secara akurat ke dalam beker (direkomendasikan porselin);
- Basahi dengan sedikit  $H_2O$ ;
- Tambah 2 mL  $H_2SO_4$ , lebih kurang 5 mL (asam nitrat)  $HNO_3$  dan 20 mL (asam perklorat)  $HClO_4$ ;
- Panaskan sampai timbul uap putih  $HClO_4$  hingga hampir kering (hati-hati);
- Biarkan dingin, tambah akuades hingga larut;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil bilas;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

### **6.5.4.2 Pembuatan Standar**

#### **A. Larutan standar baku As 100 ppm**

- Pipet 10 mL larutan induk arsen 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $HNO_3$  1N).

#### **B. Larutan standar baku As 10 ppm**

Pipet 10 mL larutan induk arsen 100 ppm ke dalam labu 100 mL.  
Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $HNO_3$  1N).

#### **C. Larutan standar baku As 1 ppm**

- Pipet 10 mL larutan induk arsen 10 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $HNO_3$  1N).

#### **D. Larutan standar kerja As 0,0 ppb; 10,0 ppb, 20,0 ppb, 40,0 ppb, 50,0 ppb, 100 ppb**

Pipet sesuai kebutuhan larutan induk arsen 1 ppm ke dalam labu 50 mL.  
Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $HNO_3$  1N).

### **6.5.4.3 Pengukuran dan Persiapan Alat**

- Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya, kemudian nyalakan alat, atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat;
- Siapkan  $NaBH_4$  dan  $HCl$  dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat;
- Pipet 25 mL larutan contoh dan standar serta blangko, tambahkan 2 mL  $HCl$  8 M dan 0,1 mL  $KI$  20 % dan 1 mL  $SnCl_2$  kemudian biarkan minimal 2 menit;
- Nyalakan burner serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh;
- Ukur absorbansi larutan standar dan contoh dengan blangko sebagai koreksi;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorbansi yang terukur oleh alat SSA;
- Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,9975$ );
- Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar;
- Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui *slope*.



#### 6.5.4.4 Pengendalian Mutu Hasil Uji

- Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD);
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu;
- Lakukan uji recovery/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % recovery adalah 85 % - 115 %;
- Lakukan analisis blangko.

#### 6.5.4.5 Perhitungan

$$\text{Hg (mg/kg)} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

- C adalah ppb arsen hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;  
 P adalah faktor pengenceran;  
 W adalah bobot contoh (g);  
 V adalah volume akhir labu (L).

### 7 Syarat penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan :

- Nama produk/nama dagang
- Kadar N
- Kadar K<sub>2</sub>O
- Kadar P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>
- Berat bersih
- Lambang
- Nama produsen
- Tulisan : *Jangan pakai gancu*

### 8 Cara pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi dan mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.



## Bibliografi

*Official Methods of Analysis of Fertilizers, The National Institute of Agricultural Sciences, Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries, Yatabe-machi, Ibaraki-ken, Japan, 1982.*

SK. Menteri Pertanian Nomor 09/Kpts/TP.260/1/2003, tentang Syarat dan Tata Cara Pendaftaran Pupuk An-organik.

Horwitz, W et al : *Official Methods of Analysis of AOAC International.. 18<sup>th</sup> Edition, USA, 2005, 2.3.02, 2.4.03.D, 2.5.08.*

*JIS-Hand Book Enviromental Technology, Japanese Standards Association 4-1-24, Akasaka, Minato-ku, Tokyo, Japan, 2002, JIS K 0102 – 54; 55; 61 dan 66.*











**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)